

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J-P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-12333

(43) 公開日 平成9年(1997)1月14日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 3 C	3/093		C 0 3 C	3/093
	3/087			3/087
	3/091			3/091
	4/00			4/00
	15/00		15/00	Z

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平8-101611	(71) 出願人	392002206 エイ・ジー・テクノロジー株式会社 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町松原1160番地
(22) 出願日	平成8年(1996)4月23日	(72) 発明者	林 一郎 山形県米沢市八幡原4丁目2837番地9 エイ・ジー・テクノロジー株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平7-103947	(72) 発明者	万波 和夫 山形県米沢市八幡原4丁目2837番地9 エイ・ジー・テクノロジー株式会社内
(32) 優先日	平7(1995)4月27日	(72) 発明者	徳間 淳 山形県米沢市八幡原4丁目2837番地9 エイ・ジー・テクノロジー株式会社内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 泉名 謙治

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク用ガラス基板および磁気ディスク

(57) 【要約】

【課題】耐食性、耐アルカリ性、加工性の観点で優れた磁気ディスク基板を得る。

【解決手段】組成が重量%表示で、 $\text{SiO}_2$  : 52~65、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 10~18、 $\text{B}_2\text{O}_3$  : 0~8、 $\text{MgO}$  : 0~10、 $\text{CaO}$  : 2~15、 $\text{SrO}$  : 0~15、 $\text{BaO}$  : 0~16、 $\text{ZnO}$  : 0~12からなり、実質的にアルカリ金属酸化物を含まないガラスを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】組成が重量%表示で、 $\text{SiO}_2$  : 52~65、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 10~18、 $\text{B}_2\text{O}_3$  : 0~8、 $\text{MgO}$  : 0~10、 $\text{CaO}$  : 2~15、 $\text{SrO}$  : 0~15、 $\text{BaO}$  : 0~16、 $\text{ZnO}$  : 0~12からなり、実質的にアルカリ金属酸化物を含まないガラスを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項2】組成が重量%表示で、 $\text{SiO}_2$  : 52~60、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 10~15、 $\text{B}_2\text{O}_3$  : 2~8、 $\text{MgO}$  : 1~5、 $\text{CaO}$  : 2~10、 $\text{SrO}$  : 1~10、 $\text{BaO}$  : 5~15、 $\text{ZnO}$  : 0~12からなり、実質的にアルカリ金属酸化物を含まないガラスを用いることを特徴とする請求項1記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項3】内周端面と外周端面とを有し、少なくとも内周端面の表面が $5\mu\text{m}$ 以上エッチングされていることを特徴とする請求項1または2の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項4】エッチングの後、少なくとも内周端面の表面が、ポリッシュされていることを特徴とする請求項3の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項5】少なくとも内周端面がエッチング処理されており、エッチング処理された内周端面の表面粗さが、3次元測長SEMにより測定したとき、基準長さ $240\mu\text{m}$ 、算術平均粗さ( $R_a$ )のカットオフ波長 $80\mu\text{m}$ において、任意に選んだ少なくとも4箇所における算術平均粗さ( $R_a$ )の平均値が $1.0\sim6.0\mu\text{m}$ であり、山の数の平均値が $8\sim30$ 個の範囲にあることを特徴とする請求項3または4記載の磁気ディスク用ガラス基板。

【請求項6】請求項1~5いずれか1項記載の磁気ディスク用ガラス基板の上に、順次、下地層、磁性層、保護層、潤滑層を設けてなる磁気ディスク。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁気ディスク用ガラス基板および磁気ディスクに関する。

【0002】

【従来の技術】磁気ディスクは、基板の上にスパッタ、メッキ、蒸着等のプロセスにより磁性膜および保護膜が形成されている。一般にガラスは表面の平滑性に優れ、硬く、変形抵抗が大きく、かつ表面欠陥が少ない等の理由から高密度化に適した磁気ディスク用基板として注目されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ガラス基板として比較的安価なソーダライムシリカガラスを用いた場合、このガラスはアルカリを含むので、多湿環境下において磁性膜のピンホール部または磁性膜の周辺部など磁性膜が薄い部分またはガラスが露出した部分からアルカリイオンが析出しこれが引き金となって磁性膜が腐食あるいは変

色することが見出されている。

【0004】磁気ディスク用ガラス基板には高温・多湿環境下やエイジング中に磁性膜の劣化を生起させないことが要求される。前記したようにガラス基板としてアルカリを含むガラスを用いた場合には、アルカリイオンのガラス表面における存在と多湿（特に高温化での）環境または長期使用によるガラス内部からのアルカリイオンの表面への移動、析出が磁性膜劣化を誘起するものと思われる。

【0005】また、磁気ディスク用ガラス基板としては、さらに、加工性が高いこと、耐薬品性、特に、耐アルカリ性が高いことが要求される。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明では前述の問題を解決するためになされたものであり、組成が重量%表示で、 $\text{SiO}_2$  : 52~65、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 10~18、 $\text{B}_2\text{O}_3$  : 0~8、 $\text{MgO}$  : 0~10、 $\text{CaO}$  : 2~15、 $\text{SrO}$  : 0~15、 $\text{BaO}$  : 0~16、 $\text{ZnO}$  : 0~12であるガラスを用いることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板を提供するものである。

【0007】このガラスは、アルカリの含有量が実質上ゼロであり、基板上の磁性膜の腐食は完全に解決される。一方で、本発明の基板はアルカリ金属の酸化物を含まないため、化学強化ができない。したがって、磁気ディスク用の基板として充分な強度を得るためには、ある程度深いエッチング処理を施すことが望ましい。後の実施例で述べるように、ガラス板を $5\mu\text{m}$ 以上、好ましくは $10\mu\text{m}$ 以上エッチングする工程を含むことにより、磁気ディスクとして使用可能と思われる強度が得られることがわかった。

【0008】このような状況下で、本発明の基板は、高いエッチングレートを有するために、加工性が高い利点がある。一方で、耐アルカリ性については、従来のソーダライムシリカガラスなみに高い。以上のように、本発明の基板は、総合的に磁気ディスク用基板として適したものである。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明におけるガラス基板の各化学成分について説明する。

【0010】 $\text{SiO}_2$  はガラスのネットワークフォーマーであり、52重量%（以下、単に%という）未満では化学的耐久性が低下し、65%を超えると溶解が困難となる。好ましくは、52~60%、特に好ましくは、55~60%である。

【0011】 $\text{Al}_2\text{O}_3$  はガラスの分相性を抑制し、化学的耐久性を向上させる作用があり、10%以上は必要である。一方、18%を超えると溶解が困難となる。好ましくは10~15%である。

【0012】 $\text{B}_2\text{O}_3$  は、必須ではないが、ガラスの粘性を下げ、溶解性、成形性を向上させるために含有でき

る。8%を超えるとガラスが分層しやすくなり、また、化学的耐久性が低下する。好ましくは、2~8%である。

【0013】MgOは、必須ではないが、ガラスの熱膨張係数を低下させる効果があるため含有できる。10%を超えると分相が起きやすくなる。好ましくは、1~5%である。

【0014】CaOは、熔融性を向上させ失透温度を抑制する効果があるが、2%未満では効果が不充分であり、15%を超えるとCaO・Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・SiO<sub>2</sub>の結晶が析出するおそれがある。好ましくは、2~10%である。

【0015】SrOは、必須ではないが、添加することにより、CaOとほぼ同様の効果が得られるため含有できる。15%を超えると膨張率が大きくなりすぎるおそれがある。好ましくは、1~10%である。

【0016】BaOは、必須ではないが、ガラス溶解時にフラックスとして作用し、また、化学的耐久性を向上させるため含有できる。16%を超えると失透しやすくなる。好ましくは、5~15%である。

【0017】ZnOは、必須ではないが、ガラスの熱膨張係数を低下させる効果があるが、12%を超えると大量生産に適したフロート法による成形が難しくなる。フロートバス中でZnOが還元され蒸発し、表層に異質層を形成するためである。

【0018】本発明によるガラスは上記成分で95%以上を占めるものであり、残り5%未満については、ガラスの溶解性、清澄性、成形性を改善するためZrO<sub>2</sub>、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、TiO<sub>2</sub>、SO<sub>3</sub>、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、F、Clなどを含有することができる。

【0019】本発明の基板に用いるガラスはたとえば、次のような方法で製造できる。すなわち、通常使用される各成分の原料を目標成分になるように調合し、これを溶解炉に連続的に投入し、1500~1600℃に加熱して熔融する。この熔融ガラスをフロート法により所定の板厚に成形し、徐冷後切断する。

【0020】また、本発明の1実施態様では、磁気ディスク用ガラス基板の少なくとも内周端面がエッチング処理されており、エッチング処理された内周端面の表面粗さが、3次元測長SEMにより測定したとき、基準長さ240μm、算術平均粗さ(R<sub>a</sub>)のカットオフ波長80μmにおいて、任意に選んだ少なくとも4箇所における算術平均粗さ(R<sub>a</sub>)の平均値が1.0~6.0μmであり、山の数の平均値が8~30個の範囲にあることを特徴とする。

【0021】この場合、ディスク用ガラス基板とは、円板状、特にドーナツ状のガラス基板をいう。ドーナツ状のガラス基板の場合には、特に内周端面の粗さを上記範囲にする必要がある。外周端面の粗さも上記範囲とするのが好ましい。中央部に孔のない円板状の場合には、外

周端面の粗さを上記範囲とする必要がある。図1は、ドーナツ状の磁気ディスク用ガラス基板の斜視図を示したものであり、1は、こうしたドーナツ状の磁気ディスク用ガラス基板、2は内周端面、3は外周端面を示す。

【0022】本発明の1実施態様は、磁気ディスク用ガラス基板は、ガラス基板をフッ酸、フツ硫酸等のエッチング液によりエッチングすることにより、ガラス基板の曲げ強度を支配する内外円周端面の面粗さ、特に機械的強度を大きく支配する磁気ディスク基板の内円周端面の面粗さを改善し、ディスク用ガラス基板の曲げ強度を向上させるものである。

【0023】ガラス等の脆性材料からなる磁気ディスク用ガラス基板の機械的強度を支配する因子の大きなものは、最大引張り応力の発生する内周部に存在する傷である。この傷の深さを低減させれば破壊強度は向上する。傷の深さは、フッ酸、フツ硫酸等のエッチング液によるエッチング処理で低減させることができ、エッチング深さを増大させることにより、傷の深さを低減させることができる。傷の深さを正確に測定することは困難であるが、エッチング深さの増大に伴う表面性状の変化はSEM等の表面性状測定装置により把握できる。さらに、このSEMを用いれば、これらの表面性状の変化を、表面粗さおよび断面図に現れる山の数として定量的に表すことができる。

【0024】すなわち、本実施態様は、3次元測長SEMにより測定された磁気ディスク用ガラス基板の内外周端面の凹凸プロファイルを測定し、実用上十分な機械的強度を持つ磁気ディスク用ガラス基板が得られる凹凸プロファイルとはどのようなものであるかを求め、その最適な内周端面の面粗さの範囲を求めたものである。

【0025】この表面粗さは、3次元測長SEMによる凹凸プロファイル曲線からJIS B 0601(1982)(ISO R 468参照)に決められた方法にしたがって求めることができる。この表面粗さを求めるに当たっては、以下の通り行った。

【0026】基準長さは、240μmとした。

・R<sub>a</sub>は、表面粗さをSEMにより測定し、得られた測定データとしての数値を用いた。

・R<sub>a</sub>のカットオフ波長80μmとは、80μm以上の波長成分を取り除くもので、基板のうねりを表面粗さとして数えられないようにするための処理である。

・任意に選んだ少なくとも4箇所におけるR<sub>a</sub>とは、ドーナツ状の磁気ディスク用ガラス基板ガラスの内周端面の任意に選んだ異なる4箇所以上の点においてSEM測定を行い、それぞれの点でR<sub>a</sub>を求め、各点のR<sub>a</sub>値を平均したものである。

・山の数とは、ドーナツ状の磁気ディスク用ガラス基板の内周端面の任意に選んだ異なる4箇所以上の点においてSEM測定を行い、得られた2次元凹凸プロファイルのデータから、各点の山の数を数え、各点の山の数を平

均したものである。

【0027】例えば、磁気ディスク用ガラス基板の内外周端面の $R_a$ が $1.0\mu\text{m}$ より低く、かつ山の数の平均値が30個より多い場合は、エッチング深さがきわめて少ないか、あるいは全くない場合の状態に対応し、内外周端面の傷の除去がされていないか、不十分であることを示し、この場合には目標とする機械的強度が得られないので好ましくない。

【0028】また、機械的強度については、エッチング深さの増大とともに上昇傾向を示すが、エッチング深さが増大し、前記した $R_a$ の平均値が $6.0\mu\text{m}$ より大となると、内外周の同心度および真円度が悪化する傾向があり、過度のエッチングは磁気ディスクとしての寸法規格をはずれる結果となるため好ましくない。また、このような突起の存在は、磁気ヘッドクラッシュを引き起こし、磁気ディスクの記録面全体の破壊をもたらすことがあるので好ましくない。

【0029】なお、ディスク用ガラス基板のエッチング処理に先立って、ドーナツ状ディスク用ガラス基板の内外周端面、特に内周端面を $\#200\sim\#1000$ メッシュ程度の砥粒により内周端面の仕上げ加工を行っておくことが好ましい。

【0030】本発明において、エッチング方法として一般的なガラスのエッチング方法であるエッチング液を用いたウェットエッチング方法、エッチングガスを用いたドライエッチング方法が使用できる。特に、フッ酸液、フッ硫酸液、ケイフッ化水素酸などのエッチング液が好適に使用できる。

【0031】一般には、砥粒の最大径よりも深い傷が発生する可能性が考えられるので、エッチング量はさらに深くすることがより好ましい。

【0032】なお、本発明では、エッチングプロセスの後に、金属定盤に砥粒を流してガラス基板の主表面、内外周端面を研磨するラッププロセスを導入することにより、エッチング量が多い場合でも、ガラス基板の主表面、内外周端面に生じた高い突起を解消できる。

【0033】上記したエッチング処理をエッチング処理後、さらにラップ研磨を行って内外周端面の突起を研磨（ポリッシュ）することにより、 $10\mu\text{m}$ 以上のエッチング深さのエッチング処理が実現でき、より高強度の磁気ディスク用ガラス基板が得られる。

【0034】本発明の所定の $R_a$ の平均値と山の数の平均値とを有する磁気ディスク用ガラス基板には、そのガラス基板の主表面に下地膜を介して、あるいは下地膜を介さずして磁気記録層を形成し、さらに必要に応じてその上に保護層、潤滑層を形成し、高強度のガラス製の磁気ディスクが得られる。

【0035】また、磁気ディスク上に必要に応じて所定のテクスチャを形成するテクスチャ加工は、基板をドーナツ状に加工し、エッチング、研磨、洗浄した後、行わ

れる。テクスチャ加工は、フッ酸の液または蒸気を使用して行うことができる。

【0036】本発明で用いられる磁気記録層としての磁性層としては、Co-Cr系、Co-Cr-Pt系、Co-Ni-Cr系、Co-Ni-Cr-Pt系、Co-Ni-Pt系、Co-Cr-Ta系などのCo系合金を好ましく使用できる。耐久性や磁気特性を向上するために、磁性層の下に設けられる下地層としては、Ni層、Ni-P層、Cr層、 $\text{SiO}_2$ 層などを使用できる。

【0037】本発明では、Cr層、Cr合金層、他の材料からなる金属もしくは合金層を磁性層の上または下に設けることができる。

【0038】保護層としては、 $50\sim1000\text{\AA}$ の厚みのカーボンもしくはシリカの層が使用でき、潤滑層を形成するためには、 $30\text{\AA}$ 程度の厚みのパーフルオロポリエーテル系の液体潤滑剤が使用できる。

【0039】

【実施例】

（板状ガラスの作成）表1に示したNo. 1～9の9種類の組成物（単位：重量％）を常法にしたがい混合し、ガラスバッチを調製した。次いで、容量 $500\text{ml}$ のPt-Rh： $10\%$ 坩堝にこのガラスバッチを入れ、 $1500^\circ\text{C}$ で均質化のための約1時間の攪拌を含め約4時間熔解し、カーボン板上に流し出して板状とし、徐冷後常法に従い、切断・研磨して約 $1\text{mm}$ 厚の板状ガラスサンプルを得た。表1には比較例（No. 10）としてソーダライムシリカガラスも記載した。

【0040】（磁気記録媒体の耐湿テスト）No. 1～9の板状ガラスサンプルおよび比較例としてのNo. 10の板状ガラスサンプルを切断・研磨して外形 $65\text{mm}$ 、内径 $20\text{mm}$ 、厚さ $0.635\text{mm}$ のドーナツ状のガラスディスクを作成した。No. 10については、 $450^\circ\text{C}$ の溶融硝酸カリウム中に8時間浸漬して化学強化を行い、表面に深さ $25\mu\text{m}$ の圧縮応力層を形成させたものも準備し、化学強化を行わないものと比較した。No. 1～10については、ガラス組成中にNaを含まないため、イオン交換が行えない。したがってすべて未強化である。

【0041】上記未強化品および強化品のそれぞれの主表面上にスパッタ法によりNo. 1～9では厚さ約 $300\text{\AA}$ 、No. 10では厚さ約 $1000\text{\AA}$ のCrからなる下地層を形成した後、厚さ約 $600\text{\AA}$ のCo-30原子％Ni合金磁性層を形成し、その上に厚さ約 $300\text{\AA}$ のカーボン保護層を形成し、さらにその上にパーフルオロポリエーテル系の液体潤滑剤を塗布することにより磁気記録媒体を得た。

【0042】これらについて $80^\circ\text{C}$ 、 $80\%\text{RH}$ の雰囲気条件で168時間保持することにより、耐湿テストを実施したところ、No. 10では、耐食性を高める作用のあるCr下地層が厚いにもかかわらず、未強化品磁気

記録媒体はディスクの内周および外周の端面部から2～3mmの範囲にわたってCo-Ni合金層とガラスとの界面から面内にかけて変色が認められ、No. 10強化品磁気記録媒体では同じく1～2mmの範囲にわたって変色が認められた。これに対し、No. 1～9磁気記録媒体については、磁性膜の腐食は起こらず、変色等は全く認められなかった。

【0043】(エッチングレートと曲げ強度の測定) No. 9の組成からなるガラス板とNo. 10の組成からなるガラス板とで外形65mm、内径20mm、厚さ0.635mmのドーナツ状ガラスディスクを作成した後、フッ酸に硫酸を5重量%混合した液によるエッチングレートを測定した。No. 9は6.7 $\mu\text{m}/\text{min}$ であり、No. 10は2.1 $\mu\text{m}/\text{min}$ であった。本発明のガラス基板は、従来のソーダライムシリカガラスに比べて、3倍以上のエッチングレートであり、加工性が大変高いことがわかる。

【0044】また、前記ガラスディスクについてディスクの外周全周を支持し、内周部に荷重をかける曲げ強度テストを各10枚のディスクについて行い、平均強度を求めた。

【0045】No. 10の曲げ強度は未強化品が12. \*

NO.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
SiO <sub>2</sub>	60	60	61	61	58	55	60	60	56	72.5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12	15	12	12	12	15	17	12	11	1.5
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	2	2	2	3	2	4	5	6	-
MgO	-	-	3	-	2	6	8	-	2	4.0
CaO	12	11	8	12	12	6	11	7	3	8.0
SrO	14	12	14	10	14	-	-	1	7	-
BaO	-	-	-	-	-	6	-	15	15	-
ZnO	-	-	-	3	-	10	-	-	-	-
Na <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	-	-	-	-	13.5
K <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5

【0048】

【表2】

No.	9	10	11
重量減少量(mg)	1.0	0.9	4.7

【0049】

【発明の効果】本発明の磁気ディスク用ガラス基板は高温、高湿下でも磁性膜の劣化が生じない。また、ある程度の深さエッチング処理を施すことにより、充分磁気ディスク基板として実用可能な程度の強度が得られる。その際に、本発明の基板は、エッチングレートが高く、加工コストが低いメリットがある。

\*0kg/mm<sup>2</sup>、深さ20 $\mu\text{m}$ の圧縮応力層をもつ強化品が34.1kg/mm<sup>2</sup>であった。これに対し、No. 9を、5 $\mu\text{m}$ エッチング処理した後ポリッシュしたものは27.8kg/mm<sup>2</sup>、15 $\mu\text{m}$ エッチング処理した後ポリッシュしたものは29.9kg/mm<sup>2</sup>であった。No. 9の例でも、従来のソーダライムシリカガラスの未強化品に比べると十分に強度が高く、磁気ディスク基板として使用可能と考えられる。

【0046】(耐アルカリ性の測定) No. 9の組成からなるガラス板、No. 10の組成からなるガラス板および液晶表示装置の基板用として従来用いられることがある無アルカリガラスであるコーニング社のコード7059(商品名)からなるガラス板(No. 11)について、0.1規定NaOH溶液に90℃20時間浸漬して、重量減少量(mg)を測定した。結果を表2に示す。結果から、本発明の基板は、他の無アルカリガラス(No. 11)に比べて、耐アルカリ性が高く、ソーダライムガラスに比べても遜色ないことがわかる。すなわち、本基板は、磁気ディスク用基板として、非常に優れたものである。

【0047】

【表1】

※-[0-0-5-0]さらに、本発明の基板は他の無アルカリガラスに比べても、耐アルカリ性が高く、耐アルカリ性はソーダライムシリカガラスに比べても遜色ない。すなわち、本基板は、磁気ディスク用基板として、非常に優れた。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気ディスク用ガラス基板を示す斜視図

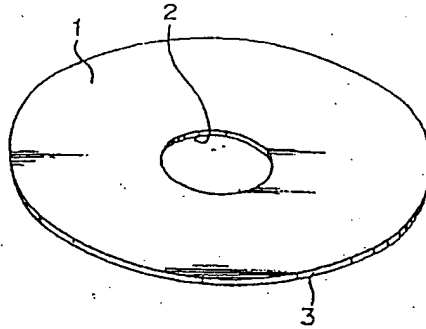
【符号の説明】

- 1：磁気ディスク用ガラス基板
- 2：内周端面
- 3：外周端面

(6)

特開平9-12333

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

G 1 1 B 5/82  
5/84

識別記号

庁内整理番号

7303-5D

F I

G 1 1 B 5/82  
5/84

技術表示箇所

Z